

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①2 Offenlegungsschrift
①1 DE 3612825 A1

⑤1 Int. Cl. 4:
B 01 D 39/20
B 01 D 23/24
C 04 B 35/00
C 04 B 38/00

②1 Aktenzeichen: P 36 12 825.2
②2 Anmeldetag: 18. 4. 86
②3 Offenlegungstag: 23. 10. 86

Behörden Eigentum

DE 3612825 A1

⑤1 // C04B 35/10,35/14,35/16,35/48,35/56

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
17.04.85. JP P 60-81972

⑦1 Anmelder:
NGK Insulators Ltd., Nagoya, Aichi, JP

⑦4 Vertreter:
Tiedtke, H., Dipl.-Ing.; Bühling, G., Dipl.-Chem.;
Kinne, R., Dipl.-Ing.; Grupe, P., Dipl.-Ing.; Pellmann,
H., Dipl.-Ing.; Grams, K., Dipl.-Ing.; Struif, B.,
Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 8000 München

⑦2 Erfinder:
Komoda, Tadanori, Toyoake, Aichi, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Poröser Keramikfilter und dessen Herstellung

Poröser Keramikfilter, bestehend aus einem planaren, porösen aus einem Keramikmaterial gebildeten Träger und einer Filterschicht, die aus einer gebrannten Masse eines Keramikpulvers, das in einem Stück auf der oberen Oberfläche des porösen Keramikträgers abgelagert ist, gebildet wird. Die Teilchengröße des Keramikpulvers und die in der gebrannten Masse des Keramikpulvers gebildeten Makroporen verkleinern sich im wesentlichen kontinuierlich in einer Richtung von der oberen Oberfläche des Keramikträgers zu einer freien Oberfläche der Filterschicht hin. Der poröse Keramikfilter wird durch ein Verfahren hergestellt, das folgendes umfaßt:

- Herstellung einer Suspension, enthaltend ein Keramikpulver mit einer vorbestimmten Verteilung der Teilchengröße,
- Festhalten des porösen Trägers, so daß sich die obere Oberfläche im wesentlichen horizontal erstreckt und in Kontakt mit der Suspension gehalten wird, bis sich Teilchen des Keramikpulvers durch Schwerkraft absetzen und dadurch auf der oberen Oberfläche des porösen Trägers als eine ungebrannte Schicht für die Filterschicht abgelagert werden,
- Entfernung von wäßrigen Bestandteilen aus dem porösen Keramikträger und der ungebrannten Schicht der abgelagerten Teilchen und
- Brennen des porösen Keramikträgers und der ungebrannten Schicht zur Herstellung der porösen Keramikschicht.

DE 3612825 A1

TIEDTKE - BÜHLING - KINNE - GRUPE

PELLMANN - GRAMS - STRUIF

3612825

Patentanwälte und
Vertreter beim EPA
Dipl.-Ing. H. Tiedtke
Dipl.-Chem. G. Bühling
Dipl.-Ing. R. Kinne
Dipl.-Ing. P. Grupe
Dipl.-Ing. B. Pellmann
Dipl.-Ing. K. Grams
Dipl.-Chem. Dr. B. Struif

Bavariaring 4, Postfach 202403
8000 München 2
Tel.: 089-539653
Telex: 5-24845 tipat
Telecopier: 089-537377
cable: Germanipatent München

16. April 1986
DE 5767
case N 6214 D

Patentansprüche

1. Poröser Keramikfilter, der aus einem planaren, porösen Träger, gebildet aus einem Keramikmaterial und einer Filtrierschicht, gebildet aus einer gebrannten Masse aus einem Keramikpulver, das in einem Stück auf einer Oberfläche des porösen Keramikträgers abgelagert ist, besteht, dadurch gekennzeichnet, daß die Größe der in der gebrannten Masse des Keramikpulvers gebildeten Makroporen sich im wesentlichen kontinuierlich in einer Richtung von der Oberfläche des porösen Trägers aus auf eine freie Oberfläche der Filtrierschicht hin, die von der Oberfläche des porösen Trägers entfernt ist, verkleinert.

2. Poröser Keramikfilter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Größe der Makroporen an der Grenze zu der Oberfläche des porösen Keramikträgers in einen Bereich von 1 - 5 μm fällt, während die Größe der Makroporen an der Grenze zu der freien Oberfläche der Filtrierschicht in einen Bereich von 0,1 - 0,5 μm fällt.

1

3. Poröser Keramikträger nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß jeder poröse Keramikträger und jede Filtrierschicht aus einer Masse von Teilchen gebildet wird, die im wesentlichen aus Aluminiumoxydteilchen besteht.

5

4. Verfahren zur Herstellung eines porösen Keramikfilters aus einem planaren, porösen aus einem Keramikmaterial gebildeten Träger und aus einer Filtrierschicht, die auf einer oberen Oberfläche des porösen Keramikträgers gebildet wurde, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren folgende Schritte umfaßt:

10

- 15 - Herstellung einer Suspension aus einem Keramikpulver mit einer vorbestimmten Verteilung der Teilchengröße,
- Halten des planaren, porösen Trägers, so daß die obere Oberfläche sich im wesentlichen horizontal erstreckt, und
- 20 - Inberührunghalten der oberen Oberfläche des porösen Trägers mit der Suspension, die in einem stationären Zustand gehalten wird, bis Teilchen des Keramikpulvers sich durch Schwerkraft absetzen und dadurch auf der oberen Oberfläche des porösen Trägers abgelagert werden wodurch eine ungebrannte Schicht für
- 25 die Filtrierschicht aus den abgelagerten Teilchen des Keramikpulvers auf der oberen Oberfläche des porösen Keramikträgers gebildet wird,
- 30 - Entfernung von wässrigen Bestandteilen von dem porösen-Keramikträger und der ungebrannten Schicht aus den abgelagerten Teilchen, und
- Einbrennen des porösen Keramikträgers und der ungebrannten Schicht in die poröse Keramikschicht.
- 35

1 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet,
daß es ferner folgende Schritte umfaßt:

5 - Eintauchen des porösen Keramikträgers in einer
Flüssigkeit, wodurch die Poren in dem porösen
Keramikträger mit Massen dieser Flüssigkeit ge-
füllt werden, so daß Gas von den Poren entfernt
10 wird, bevor die obere Oberfläche des porösen
Keramikträgers mit der Suspension in Kontakt
gebracht wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet,
daß der poröse Keramikträger in der Flüssigkeit einge-
15 taucht wird, während die Flüssigkeit zum Sieden gebracht
wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch
gekennzeichnet, daß die Suspension ein organisches
20 Lösungsmittel enthält.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch
gekennzeichnet, daß mindestens 80 Gew.-% des Keramik-
pulvers aus Teilchen von 0,5 - 10 µm bestehen.

25

30

35

TIEDTKE - BÜHLING - KINNE - GRUPE

PELLMANN - GRAMS - STRUIF

3612825

- 4 -

NGK Insulators, Ltd.

Nagoya-shi, Japan

Patentanwälte und
Vertreter beim EPA
Dipl.-Ing. H. Tiedtke
Dipl.-Chem. G. Bühling
Dipl.-Ing. R. Kinne
Dipl.-Ing. P. Grupe
Dipl.-Ing. B. Pellmann
Dipl.-Ing. K. Grams
Dipl.-Chem. Dr. B. Struif

Bavariaring 4, Postfach 20 24 03
8000 München 2
Tel.: 089 - 53 96 53
Telex: 5-24 845 tipat
Telecopier: 0 89 - 537377
cable: Germaniapatent München

16. April 1986
DE 5767
case N 6214 D

Poröser Keramikfilter und dessen Herstellung

Die Erfindung bezieht sich auf einen porösen Keramikfilter oder ein Filtermedium und auf ein Verfahren zu dessen Herstellung und insbesondere auf solch einen Keramikfilter mit planarer Form, der eine Filtrierschicht mit einheitlicher Dicke und mit einer porösen Struktur, die gegen Verstopfen geschützt ist, besitzt und auf ein Verfahren, durch das solch ein planarer Keramikfilter hergestellt wird.

W Es ist ein Keramikfiltermedium mit Mehrfachsicht bekannt (nachstehend einfach "Keramikfilter" genannt), bestehend aus einem röhrenförmigen porösen Trägerkörper, der aus einem Keramikmaterial gebildet ist und eine hohe mechanische Festigkeit besitzt, sowie mindestens einer aus einem des porösen Trägerkörpers ähnlichen Material gebildeten Filterschicht und mit sehr kleinen oder Makroporen. Die Filtrierschicht oder Filtrierschichten wird/ werden in einem Stück auf einer inneren oder äußeren Oberfläche des porösen Trägerkörper gebildet.

1 Diese Art des Keramikfilters hat eine relativ geringe
Widerstandsfähigkeit gegen einen zu filtrierenden
Flüssigkeitsstrom und ist sehr wirksam bei der Trennung
feiner, fester Teilchen von einer großen Menge des
5 Flüssigkeitsstroms. Der Keramikfilter wird z.B. durch
ein Verfahren hergestellt, das die folgenden Schritte
umfaßt:

- 10 - Herstellung einer Suspension, die Teilchen aus
einem geeigneten Material, aus dem eine Filter-
schicht gebildet wird, enthält.
- Inberührunghalten einer Oberfläche des porösen
Trägers mit der hergestellten Suspension, wodurch
15 eine dünne, ungebrannte Schicht abgelagerter Teilchen
auf der Oberfläche des porösen Trägerkörpers gebil-
det wird, und
- Brennen der ungebrannten Schicht in die Filtrier-
schicht.

20

Ein weiteres Verfahren ist in der Japanischen Patent-
schrift Nr. 1066935 (Japanische Patentveröffentlichung
Nr. 56-8643, 1981) veröffentlicht. Dieses Verfahren
beinhaltet folgende Schritte:

25

- Herstellung einer Aufschlammung zur Bildung
der Filtrierschicht,
- Einführung der Aufschlammung in den röhrenförmigen
porösen Trägerkörper,
- 30 - Drehen des Trägerkörpers durch eine Zentrifugal-
kraft, so daß die Aufschlammung über die innere
Oberfläche des Trägerkörpers verteilt wird, wodurch
eine Schicht der Aufschlammung an der inneren Ober-
35 fläche des Trägerkörpers anklebt, und

- 1 - Brennen des porösen Trägerkörpers mit der Auf-
schlammungsschicht auf seiner inneren Oberfläche.
- 5 Ein Alternativverfahren ist bekannt gemäß der US-Patent-
schrift Nr. 4.356.215. Dieses Verfahren beinhaltet
folgende Schritte:
- 10 - Herstellung von zwei Massen aus Beschichtungs-
suspension, d.h. eine erste Schlammüberzugs-
flüssigkeit und eine zweite Schlammüberzugs-
flüssigkeit, die Mineralteilchen mit jeweils
verschiedenen Größen enthalten,
 - 15 - Auftragen der ersten Schlammüberzugsflüssigkeit
auf eine Oberfläche des porösen Trägerkörpers unter
Bildung einer ersten abgelagerten Schicht,
- Erhitzen und Trocknen der ersten abgelagerten
Schicht und danach
 - 20 - Brennen des porösen Trägerkörpers mit der ersten
abgelagerten Schicht und
- Auftragen der zweiten Schlammüberzugsflüssigkeit
auf die gebrannte, erste abgelagerte Schicht unter
Bildung einer zweiten abgelagerten Schicht,
 - 25 - Erhitzen und Trocknen der zweiten abgelagerten
Schicht und schließlich
- Brennen des porösen Trägers mit der ersten und
zweiten abgelagerten Schicht.
 - 30
- Jedoch sind die vorstehend angegebenen Verfahren nicht
zufriedenstellend zur Herstellung eines Keramikfilters
mit einer planaren Anordnung. Ganz besonders erfordert
das zweite Verfahren unter Verwendung einer Zentrifugal-
35 kraft zur Bildung der Filtrierschicht eine vergleichsweise

- 1 komplizierte und großformatige Ausrüstung und ist in
der Anwendung auf die Herstellung von Keramikfiltern
mit in wesentlichen röhrenförmiger Form beschränkt. Das
5 erste oder dritte Verfahren leidet unter Schwierigkeiten,
einheitliche oder gleichmäßige Dicke der Filtrierschicht
zu erhalten und besitzt Nachteile durch leichtes Ver-
stopfen der Filtrierschicht.
- A 10 Es ist deshalb eine Aufgabe der Erfindung einen planaren,
porösen Keramikfilter mit einer Filtrierschicht mit ein-
heitlicher Dicke zur Verfügung zu stellen, der minimales
Verstopfen während der Bedienung erleidet.
- 15 Eine weitere Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren
zur Verfügung zu stellen, in dem ein planarer, poröser
Keramikfilter wie vorstehend gezeigt mit einem einfachen
Verfahren mittels einer vergleichsweise einfachen
Ausrüstung hergestellt werden kann.
- 20 Die Erfindung wurde als Ergebnis ausführlicher Forschungen
des Erfinders über den Filtermechanismus eines planaren,
porösen Keramikfilters entwickelt. Die Forschungen ent-
hüllten die Tatsache, daß eine aus auf einer Oberfläche
25 eines planaren, porösen Keramikträgers abgelagerten
Keramikteilchen gebildete Filtrierschicht am wenigsten
der Verstopfung unterworfen ist, wobei die Größe der
Keramikteilchen der Filtrierschicht und die Größe der
in der Filtrierschicht gebildeten Makroporen (eine Masse
30 von Keramikteilchen) sich im wesentlichen kontinuierlich
in einer Richtung von der Oberfläche des Keramikträgers
aus auf eine freie Oberfläche der Filtrierschicht hin
verkleinert, so daß die Teilchengröße an der Grenze zu
der vorstehend erläuterten Oberfläche des Keramikträgers
35 maximal und an der Grenze zu der freien Oberfläche der

1 Filtrierschicht minimal ist.

Gemäß der entwickelten Erfindung, die auf der vorstehen-
den Tatsache beruht, wird ein poröser Keramikfilter aus
5 einem aus einem Keramikmaterial gebildeten planaren,
porösen Träger und eine aus einer gebrannten Masse aus
einem in einem Stück auf einer Oberfläche des porösen
Keramikfilters abgelagerten Keramikpulver gebildeten
10 Filtrierschicht zur Verfügung gestellt, dadurch gekenn-
zeichnet, daß sich die Größe der in der gebrannten Masse
des Keramikpulvers gebildeten Makropore im wesentlichen
kontinuierlich in einer Richtung von der vorstehend
genannten Oberfläche des porösen Trägers aus auf eine
15 freie Oberfläche der Filtrierschicht hin von der Ober-
fläche des porösen Trägers weg verkleinert.

Nach einem Merkmal der Erfindung fällt die Größe der
Makroporen in der Filtrierschicht an der Grenze zu der
20 Oberfläche des porösen Keramikträgers in einen Bereich
von 1 - 5 μm , während die Größe der Makroporen in der
gebrannten Masse des Keramikpulvers an der Grenze zu
der freien Oberfläche der Filtrierschicht in einen Bereich
von 0,1 - 0,5 μm fällt.

25 Der poröse Keramikträger und die Filtrierschicht können
aus einem Pulver eines Keramikmaterials wie Silizium-
dioxid, Mullit, Zirkoniumdioxid, Siliziumcarbid und
Aluminiumoxyd gebildet werden. Für die vergrößerte
30 Korrosionswiderstandsfähigkeit des Keramikfilters ist
es vorteilhaft, ein Pulver aus Aluminiumoxyd zu verwenden.
Es ist ferner vorteilhaft, daß der poröse Träger und die
Filtrierschicht aus dem gleichen Keramikpulver vom Stand-
punkt der Kohärenz der Filtrierschicht mit dem porösen
35 Träger nach dem Brennen der Filtrierschicht gebildet werden.

1 Gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung wird
ein Verfahren zur Herstellung eines porösen Keramik-
trägers aus einem aus einem Keramikmaterial gebildeten
5 planaren porösen Träger und einer Filtrierschicht, die
auf einer oberen Oberfläche des porösen Keramikträgers
gebildet wurde und folgende Schritte umfaßt, zur Ver-
fügung gestellt:

- 10 a) Herstellung einer Suspension, die ein Keramikfilter
mit einer vorbestimmten Verteilung der Teilchengröße
enthält,
- b) Festhalten des planaren, porösen Trägers, so daß die
obere Oberfläche sich im wesentlichen in horizontaler
15 Richtung erstreckt und Inberührunghalten des planaren,
porösen Trägers mit der Suspension, die in einem
stationären Zustand gehalten wird, bis Teilchen des
Keramikpulvers sich durch Schwerkraft absetzen und
dadurch auf der oberen Oberfläche des porösen Trägers
20 ablagern, wodurch eine ungebrannte Schicht für die
Filtrierschicht aus den angelagerten Teilchen des
Keramikpulvers auf der oberen Oberfläche des porösen
Keramikträgers gebildet wird,
- 25 c) Entfernen von wässrigen Bestandteilen von dem porösen
Keramikträger und von der ungebrannten Schicht aus
den abgelagerten Teilchen und
- d) Einbrennen des porösen Keramikträgers und der unge-
brannten Schicht in die poröse Keramikschicht.

30 Die in dem Verfahren verwendete Suspension ist vorzugs-
weise Wasser oder Alkohol, die das Keramikpulver in
einer ungefähren Menge von 1 bis 10 Gew.-% enthalten.
Die Suspension besitzt schlechte Dispersion des Keramik-
35 pulvers, wenn die Konzentrationen des Pulvers die obere

- 1 Grenze (10 %) des vorstehenden Bereichs übersteigt. Wenn
die Konzentration geringer als die untere Grenze (1 %)
ist, ist eine vergleichsweise große Menge der Suspension
5 erforderlich, um eine gegebene Dicke der Filtrierschicht
zu erhalten.

- Gemäß eines vorteilhaften Merkmals des Verfahrens der
Erfindung bestehen mindestens 80 Gew.-% des in der Sus-
10 pension enthaltenen Keramikpulvers aus Teilchen von 0,5 -
10 µm. Wenn die Größe der Keramikpulverteilchen kleiner
als die untere Grenze (0,5 µm) ist, ist die Zeit der
natürlichen Sedimentation der Teilchen übermäßig lang
und die Größe der Makroporen an der Grenze zu der freien
15 Oberfläche der Filtrierschicht kann nicht in dem vorher-
gehend genannten Bereich von 0,1 - 0,5 µm gehalten
werden. Wenn die Teilchengröße die obere Grenze (10 µm)
übersteigt, ist es schwierig, die auf dem porösen Keramik-
träger abgelagerte Schicht des Keramikpulvers zu brennen,
20 und die Größe der Makroporen an der Grenze zu der Ober-
fläche des porösen Keramikträgers kann nicht in dem
vorhergehend angegebenen Bereich von 1 - 5 µm gehalten
werden.

- 25 Gemäß eines weiteren vorteilhaften Merkmals des Verfahrens
der Erfindung wird der poröse Keramikträger in eine
Flüssigkeit eingetaucht, bevor die obere Oberfläche des
Keramikträgers in Kontakt mit der Suspension gebracht
wird, so daß Poren des Keramikträgers mit Flüssigkeits-
30 mengen gefüllt werden, um Gas von den Poren zu entfernen.
Vorzugsweise wird der so behandelte poröse Keramikträger
mit den mit Flüssigkeit gefüllten Poren in die Suspension
eingetaucht. In diesem Fall bewirkt die Flüssigkeit, die
die Poren füllt die Beseitigung von Nadellöchern, die sich
35 sonst in der Filtrierschicht - beruhend auf der Anwesenheit

1 des Gases in den Poren - bilden würden. Zur vollständigen
Entfernung des Gases aus den Poren, wird vorzugsweise
die Flüssigkeit auf einer erhöhten Temperatur (vorzugs-
5 weise am Siedepunkt) und/oder unter vermindertem Druck
gehalten.

In dem porösen Keramikfilter, der gemäß der Erfindung
hergestellt wird, verkleinert sich die Teilchengröße
10 des Keramikpulvers der Filtrierschicht und die Größe
der darin gebildeten Makroporen im wesentlichen kontinu-
ierlich in Richtung vom Boden auf die freie Oberfläche
der Filtrierschicht hin, wie vorhergehend angegeben.

In die Anordnung werden die meisten der festen Teilchen,
15 die in der zu filtrierenden Flüssigkeit enthalten sind,
festgehalten und als Kuchen an der Grenze zu der freien
Oberfläche der Filtrierschicht, an der die Porengröße
oder der Porendurchmesser am kleinsten ist, angesammelt.
Die festen Teilchen, die durch eine poröse Struktur an
20 der Grenze zu der Oberfläche der Filtrierschicht laufen,
können durch die vergleichsweise großen Makroporen in
der inneren porösen Struktur der Filtrierschicht und
durch die Poren in dem porösen Träger bewegt werden und
verlassen schließlich den Keramikfilter.

25 Deshalb bleiben im wesentlichen keine festen Teilchen,
die von der zu filtrierenden Flüssigkeit getrennt werden,
in der porösen Struktur der Filtrierschicht. Die innere,
poröse Struktur wird nämlich nicht mit den festen Teilchen
verstopft oder zugestopft. Nach einer geeigneten
30 Betriebszeit wird der auf der Oberfläche der Fil-
trierschicht abgelagerte Filterkuchen leicht durch Waschen
des Filters mit einer Waschflüssigkeit, die in umgekehrter
Richtung der Filtrierrichtung fließt, entfernt. Somit kann der
35 Keramikfilter wieder in volle Arbeitsbedingungen zurück-
geführt werden.

1 Nach dem Verfahren der Erfindung setzen sich die
Keramikteilchen von verschiedener Größe, die in der statio-
nären in Kontakt mit der oberen Oberfläche des porösen
Trägers gehaltenen Suspension suspendiert wurden, mit ver-
5 schiedenen Sedimentationsgeschwindigkeiten ab und werden
als Folge davon auf der oberen Oberfläche des porösen Trä-
gers in der Reihenfolge der Teilchengröße abgelagert, so
daß die Teilchen von vergleichsweise kleinen Ausmaßen auf
einer Schicht von Teilchen mit vergleichsweise großem Aus-
10 maß abgelagert werden. Somit verkleinert sich die Teilchen-
größe der erhaltenen ungebrannten Filtrierschicht im
wesentlichen kontinuierlich in Richtung vom Boden aus auf
die freie Oberfläche der Schicht hin, von der maximalen
15 Größe am Boden zur minimalen Größe auf der freien Ober-
fläche. Entsprechend verkleinert sich die Größe von
den Keramikteilchen der ungebrannten Filtrierschicht ge-
bildeten Poren im wesentlichen kontinuierlich in der
gleichen Richtung. Durch Brennen der so gebildeten unge-
20 brannten Filtrierschicht nach Entfernung der wässrigen
Bestandteile wird der sofortige, poröse Keramikfilter her-
gestellt. Im Verfahren der Erfindung läuft die Bildung der
ungebrannten Filtrierschicht nur mit natürlicher Sedimen-
tation der Keramikteilchen. Als Ergebnis wird der Filtrier-
25 schicht eine einheitliche Oberfläche, Glätte und Dicke
verliehen. Um die Ablagerung der Keramikpulverteilchen zu
fördern und die wässrigen Bestandteile von der abgelagerten
Schicht zu entfernen, kann ein verminderter Druck auf die
Oberfläche des porösen Keramikträgers gegenüber der Ober-
30 fläche, auf der die Keramikpulverteilchen als die unge-
brannte Filtrierschicht abgelagert werden, angewandt werden.
Jedoch sollte der Grad des verringerten Druckes so bestimmt
werden, daß die natürliche Sedimentation der Keramikteil-
chen nicht gestört wird. Das schnelle Verfahren erlaubt

- 1 leichte Abstimmung der Filtrierschicht in ihrer Dicke und
Porengröße durch Auswahl der Teilchengröße des Keramik-
pulvers, der Viskosität der Suspension, der Zeit des In-
berührunghaltens des porösen Trägers mit der Suspension
5 und anderer Kenngrößen.

B

Nachstehend wird die Erfindung anhand der Zeichnungen näher
erläutert, in denen:

- 10 Fig. 1 eine vergrößerte Teilansicht im Querschnitt
von einem planaren, porösen Keramikfilter der
Erfindung ist,
Fig. 2 eine Aufsicht im Querschnitt eines Beispiels
15 einer Vorrichtung ist, die zur Ausführung einer
Ausführungsform des Verfahrens der Erfindung ver-
wendet wird und
Fig. 3 eine Fig. 1 entsprechende Ansicht ist, die ein
Beispiel eines planaren, porösen Keramikfilters zeigt,
20 der nach einem bekannten Verfahren hergestellt wurde.

In Fig. 1 und Fig. 2 der Zeichnungen ist ein scheiben-
förmiger, poröser Träger 1 aus einem Keramikmaterial ge-
25 zeigt. Dieser poröse Träger 1 wird wie unten beschrieben
hergestellt, bevor er in einen stationären Tank 5 einer
in Fig. 2 dargestellten Vorrichtung eingesetzt wird.
Anfangs wird der poröse Träger 1 in ein Becken mit
kochendem Wasser eingetaucht,

30

35

ORIGINAL INSPECTED

1 so daß die Poren des porösen Trägers 1 mit dem Wasser
gefüllt werden. Somit wird das in den Poren vorhandene
Gas entfernt. Danach wird der poröse Träger 1 an der
5 Luft abgekühlt. Der so hergestellte poröse Träger 1
wird horizontal in dem Bodenteil des stationären Tanks 5,
wie in Fig. 2 ausgeführt, eingebaut, so daß der poröse
Träger 1 in einem vorher in den Tank 5 eingeführten
Wasservolumen untergetaucht wird, so daß die Oberfläche
10 des Wassers ungefähr 1 bis 2 cm über der oberen Ober-
fläche des untergetauchten, porösen Trägers 1 liegt.
Bezugszeichen 6 zeigt einen eingefügten O-Ring zur Sicher-
ung einer Dichtung zwischen dem umgebenden Teil
des porösen Träger 1 und der gegenüberliegenden, inneren
15 Oberfläche des Tanks 5. In der Zwischenzeit wird eine
Suspension 7 hergestellt, die ein Keramikpulver mit
einer vorbestimmten Verteilung der Teilchengröße ent-
hält. Mit dem in den stationären Tank 5, wie vorstehend
beschrieben, in Position eingebauten, porösen Träger 1
20 wird der Tank 5 mit der hergestellten Suspension 7 ge-
füllt. Die Suspension 7 wird stationär im Tank 5 während
eines geeigneten Zeitraums von ungefähr 5 bis ungefähr
60 Minuten gehalten. Während dieser Haltezeit setzen
sich die Keramikteilchen von verschiedenen Größe mit
25 verschiedenen natürlichen Sedimentationsgeschwindigkeiten
ab und werden folglich auf einer oberen Oberfläche 1a
des porösen Trägers 1 in Reihenfolge ihrer Größe abge-
lagert, so daß die Keramikteilchen mit vergleichsweise
großem Ausmaß vor den Keramikteilchen mit vergleichs-
30 weise kleinem Ausmaß abgelagert werden. Auf diese Weise
wird eine ungebrannte Schicht aus den Keramikteilchen
auf der oberen Oberfläche 1a des porösen Trägers 1
gebildet. Danach wird der Tank 5 durch Öffnen eines
Abflußventils 8 entwässert, das in einer Abflußleitung
35 angeordnet ist, die mit dem Boden des stationären Tanks 5

1 in Verbindung steht. Nachdem das Abflußventil wieder
in seine geschlossene Stellung übergeführt wurde, wird
eine Vakuumpumpe 9, die auch mit dem Boden des Tanks 5
in Verbindung steht, in Betrieb gesetzt, um den porösen
5 Träger 1 unter einem vorbestimmten verringerten Druck
zu halten. Es wird nämlich eine niedrigere Oberfläche 1b
des porösen Trägers 1 dem verminderten Druck ausgesetzt,
wodurch die in dem porösen Träger 1 und in der abgelagerten
Schicht aus den Keramikteilchen verbliebenen wässrigen
10 Bestandteilen entfernt werden. Der poröse Träger 1 mit
der abgelagerten Schicht wird dann aus dem Tank 5 ge-
nommen und an Luft getrocknet. Der getrocknete, poröse
Träger 1 wird bei einer zur Sinterung der Keramikteilchen
der abgelagerten Schicht geeigneten Temperatur gebrannt.
15 Somit wird ein planarer, poröser Keramikfilter 4 mit
einer einstückig gebildeten Filterschicht 2 hergestellt.

Beispiele:

Der scheibenförmige, poröse Träger 1 wurde aus einem
Keramikpulver gebildet, dessen hauptsächliche Bestand-
20 teile aus einer Aluminiumoxydpulvermasse mit durchschnitt-
licher Teilchengröße von 60 μm besteht. Der gebrannte,
poröse Träger 1 hat einen Durchmesser von 150 mm, eine
Dicke von 3 mm und eine maximale Porengröße von 50 μm .
Danach wurde der poröse Träger 1 in kochendes Wasser
25 eingetaucht und darin drei Stunden lang gelassen, um
das Gas aus der porösen Struktur des porösen Trägers 1
zu entfernen. Der poröse Träger 1 wurde dann in den
stationären Tank 5 eingebaut, so daß die obere Oberfläche
1a des porösen Trägers 1 sich 2 cm unter der Wasserober-
30 fläche des Tanks 5 befindet. In der Zwischenzeit wurde
eine Suspension für die Filtrierschicht 2 als 95%ige
Wasseraufschlammung hergestellt, die eine keramische
Pulvermasse, vermischt mit einer kleinen Menge von Natrium-
aluminat als Entflockungsmittel oder Dispergator enthält.
35

1 Ein hauptsächlicher Bestandteil der verwendeten kerami-
schen Pulvermasse besteht aus einem Aluminiumoxydpulver
mit durchschnittlicher Teilchengröße von 1 μm . Dieses
5 Aluminiumoxydpulver wurde in einer Kesselmühle herge-
stellt, so daß 80 Gew.-% des Aluminiumoxydpulvers aus
Teilchen von 0,5 - 10 μm bestehen. Die in einer Menge
von 50 cm^3 hergestellte Suspension wurde in den Tank 5
eingeführt, gerührt und dann 10 Minuten stationär
10 gehalten. Nachdem der Tank 5 entwässert worden war,
wurde der poröse Träger 1 einem verminderten Druck von
720 - 730 mmHg zwei Minuten lang ausgesetzt, um die
wässrigen Bestandteile von dem porösen Träger 1 und
der abgelagerten Schicht der Keramikteilchen zu ent-
15 fernen. Die Einzelheiten der Filtrierschicht 2 des so
erhaltenen, porösen Keramikfilters 4 werden in Tabelle 1
angegeben.

Tabelle 1 gibt auch die Besonderheiten der Filtrierschicht
des nach einem bekannten Verfahrens hergestellten,
20 planaren, porösen Keramikfilters an, das die folgenden
Schritte beinhaltet:

- 25 - Herstellung einer 60%igen Wassersuspension mit dem
gleichen Keramikpulver wie im Verfahren der Erfin-
dung verwendet,
- Eintauchen des gleichen porösen Trägers wie in
der Erfindung verwendet in die hergestellte Sus-
pension,
- 30 - Inberührunghalten seiner einen Oberfläche mit der
hergestellten Suspension unter Bildung einer ab-
gelagerten, ungebrannten Schicht für die Filtrier-
schicht,
- 35 - Trocknen und Einbrennen der ungebrannten Schicht
in die Filtrierschicht.

1

Tabelle 1

5	Einzelheiten der Filtrierschicht		Keramikfilter der Erfindung	herkömmlicher Keramikfilter
	Dicke		50 μm	50 μm
	Maximale Porengröße		0,5 μm	12-14 μm
10	Filtergeschwindigkeit		0,8 $\text{m}^3/\text{m}^2/\text{h}$	0,5 $\text{m}^3/\text{m}^2/\text{h}$
	Oberflächenbeschaffenheit, durch visuelle Untersuchung beobachtet		glatte Oberfläche ohne Nadellöcher	raue Oberfläche mit vielen Nadellöcher
15	Durchschnittliche Teilchengröße	oberer Teil	0,6 μm	1 μm
		mittlerer Teil	1,5 μm	1 μm
		unterer Teil	8 μm	1 μm

20

Um die maximale Porengröße der in Tabelle 1 gezeigten Filtrierschicht zu messen, wurden die hergestellten Keramikfilter in Wasser eingetaucht. Die Porengröße wurde aus der Oberflächenspannung des Wassers in den Poren der Filtrierschicht relativ zu dem zur Entfernung des Wassers aus den Poren angewandten Luftdruck erhalten. Zur Messung der Dicke und Teilchengröße der Filtrierschicht wurden die Keramikfilter quer durchgeschnitten. Die Dicke und die Teilchengröße wurden an den durchgeschnittenen Oberflächen mit einem stereoskopischen Mikroskop gemessen. Die Filtriergeschwindigkeit wurde bei einem Filtrierdruck von 0,1 kg/cm^2 erhalten (ein Druck, der an den entgegengesetzten Seiten des Keramikfilters veränderlich ist).

35

1 Es wurden Filtrierversuche mit dem Keramikfilter der
Erfindung und herkömmlichen Keramikfiltern durchgeführt.
Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle 2 gezeigt. Es
wurde eine Aufschlammung oder eine in den Versuchen
5 verwendete Probenflüssigkeit durch Zugabe eines geschmolzenen Aluminiumoxydpulvers (8.000 Schleifmittel, erhältlich von Fujimi-Kenmazai Kogyo Kabushiki Kaisha in Japan mit Teilchengrößen von 0,5 - 1,5 μm) zu Wasser hergestellt, so daß die Konzentration 1.000 ppm betrug.
10 Die hergestellte Aufschlammung wurde zwei Stunden lang mit den Keramikfiltern bei einem Filtrierdruck von 1 kg/cm² filtriert. Nach den Filtriervorgängen wurden die Keramikfilter zur Entfernung der Filterkuchen mit einem Strom von Waschflüssigkeit in einer der Filtrierrichtung entgegengesetzten Richtung gewaschen. Es wurden Wiedergewinnungsverhältnisse berechnet durch Vergleichen der
15 Filtriergeschwindigkeiten der gewaschenen Keramikfilter mit den Filtriergeschwindigkeiten vor den Filtrierversuchen (Nominalfiltriergeschwindigkeiten).
20

Tabelle 2

25		Zahl des Filtrierversuchs	Keramikfilter der Erfindung	herkömmlicher Keramikfilter
	30 Wiedergewinnungsverhältnis nach dem Waschen	1. Versuch	100 %	97 %
		2. Versuch	99 %	90 %
		3. Versuch	98 %	78 %
		4. Versuch	97 %	62 %

1 Wie aus Tabelle 2 ersichtlich ist, wird, wenn sich
die Zahl der Filtrierversuche (Filtriervorgänge) ver-
größert, die Wiedergewinnungsgeschwindigkeit des Keramik-
filters der Erfindung in sehr geringem Maße
5 herabgesetzt, verglichen mit derjenigen der her-
kömmlichen Keramikfilters. Die Filtrierschicht des her-
kömmlichen Keramikfilters wird nach dem Waschvorgang
zunehmend mit dem aus den feinen Schleifeteilchen, die
in der Aufschlammung enthalten sind, gebildeten Filter-
10 kuchen verstopft, wenn der Filtriervorgang wiederholt
wird. Mit anderen Worten neigen die feinen Schleif-
teilchen dazu, in der porösen Struktur der Filtrierschicht
zu bleiben, in der der Porendurchmesser überall in der
Dicke der Schicht einheitlich ist. Im Gegensatz dazu
15 ist die Verstopfungsgeschwindigkeit in dem Keramikfilter
der Erfindung beträchtlich niedrig, wobei die Porengröße
der Filtrierschicht sich in Richtung von der freien Ober-
fläche aus auf den porösen Träger hin vergrößert. Diese
Verteilung der Porengröße in Richtung der Dicke der
20 Filtrierschicht ist sehr wirksam zur Verhinderung des
Verstopfens der Filtrierschicht mit festen Teilchen
(wie die in den Versuchen verwendeten Schleifeteilchen),
die sich von einer zu filtrierenden Aufschlammung ge-
trennt haben.
25

Im Gegensatz zu dem gemäß der Erfindung hergestellten
planaren, porösen Keramikfilter wird einem in dem her-
kömmlichen Verfahren hergestellten planaren, porösen
Keramikfilter, wobei eine Oberfläche eines porösen
30 Trägers in Kontakt mit einer Suspension gebracht wird,
eine Filtrierschicht 15 verliehen, die aus Keramik-
teilchen 16 von verschiedenen Größen, wie in Fig. 3
dargestellt, gebildet wurde. In diesen Keramikfiltern
neigen einige der festen Teilchen, die in einer zu
35

1 filtrierenden Flüssigkeit oder Aufschlammung enthalten
sind, dazu, in einer inneren, porösen Struktur der Fil-
trierschicht 15 festgehalten zu werden. Unter dieser Be-
5 dingung kann der Keramikfilter nicht wieder in seine volle
Arbeitsbedingung durch den umgekehrten Waschvorgang, wie
vorstehend gezeigt, zurückgeführt werden. Mit anderen
Worten bleibt der Keramikfilter teilweise verstopft. Ein
Träger für Keramikfilter, der nach einem in der US-Patent-
10 schrift Nr. 4.356.215 veröffentlichten Verfahren herge-
stellt wird, besitzt eine zweite abgelagerte Schicht mit
einer freien Oberfläche. Diese zweite abgelagerte Schicht
hat eine poröse Struktur ähnlich der, der vorstehend ge-
zeigten Filtrierschicht 15 und wird deshalb leicht ver-
15 stopft. Wenn eine Filtrierschicht mit einer porösen Struk-
tur, ähnlich der der Erfindung nach dem Verfahren der vor-
stehenden Patentschrift hergestellt werden soll, ist es
notwendig, viele verschiedenen Schlammüberzugsflüssigkeiten
herzustellen, die Keramikpulver in einer Suspension mit
jeweils verschiedenen Bereichen der Teilchengröße enthalten.
20 Daß heißt, es ist erforderlich, den porösen Träger mit den
verschiedenen Schlammüberzugsflüssigkeiten in Kontakt zu
bringen und jeder der gebildeten, abgelagerten Filtrier-
schichten nacheinander zu trocknen. Dieses Verfahren ist
äußerst beschwerlich und ist auf keine Weise wirtschaft-
25 lich durchführbar.

Während die Erfindung in ihren bevorzugten Ausführungs-
formen mit einem gewissen Maß an Genauigkeit beschrieben
30 worden ist, ist die Erfindung selbstverständlich keines-
wegs auf die genauen Einzelheiten der hierin enthaltenen
Beschreibung beschränkt, sondern kann auch anders ausge-
führt werden. Zum Beispiel kann der stationäre Tank 5
von der Suspension 7 entwässert werden, indem man ein

1 Ventil 10 statt des vorgehend beschriebenen Abflußven-
tils 8 öffnet. Das Ventil 10 ist in einer Leitung ange-
ordnet, die mit dem Tank 5 in einer Höhe, die etwas über
5 der oberen Oberfläche 1a des in Position in Tank 5 ein-
gebauten Keramikfilters 1, wie in Fig. 2 gezeigt, in
Verbindung steht. In der dargestellten Ausführungsform
wird die Vakuumpumpe 9 verwendet zur Entfernung der
wässrigen Bestandteile aus dem porösen Träger mit einer
10 ungebrannten Filtrierschicht, die auf dessen oberer
Oberfläche abgelagert ist. Jedoch kann die Entfernung
der wässrigen Bestandteile mit einer Zentrifugalkraft
(mit einer Zentrifuge) durch natürliches Berieseln oder
durch andere geeignete Verfahren ausgeführt werden. Es
15 wird offensichtlich, daß das Konzept der Erfindung auf
planare, poröse Keramikfilter in verschiedenen Anordnungen
anwendbar ist, anders als ein scheibenförmiger Keramik-
filter, der nur zu erläuternden Zwecken beschrieben
worden ist.

20 Wie vorstehend beschrieben, hat der gemäß der Erfindung
hergestellte planare, poröse Keramikfilter eine Filtrier-
schicht, die einheitliche Dicke besitzt und wirksam gegen
Verstopfen geschützt ist. Das Verfahren der Erfindung kann
25 mit einem einfachen Verfahren und mit einer ein-
fachen Vorrichtung ausgeführt werden. Der gemäß der Er-
findung erhaltene Keramikfilter wird geeigneterweise
zur Filtration von Bakterien, Lebensmittelstoffen, oder
ähnlichem und in Bioreaktoren oder anderer Ausrüstung
30 zur Bearbeitung verschiedener Flüssigkeiten verwendet.

-22-

- Leerseite -

Nummer:
Int. Cl. 4:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

36 12 825
B 01 D 39/20
16. April 1986
23. Oktober 1986

FIG. 1

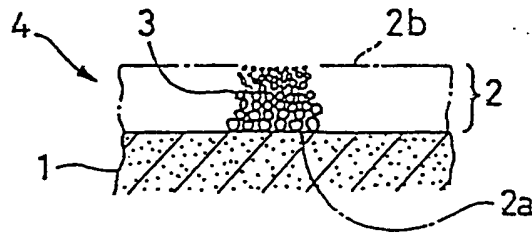


FIG. 2

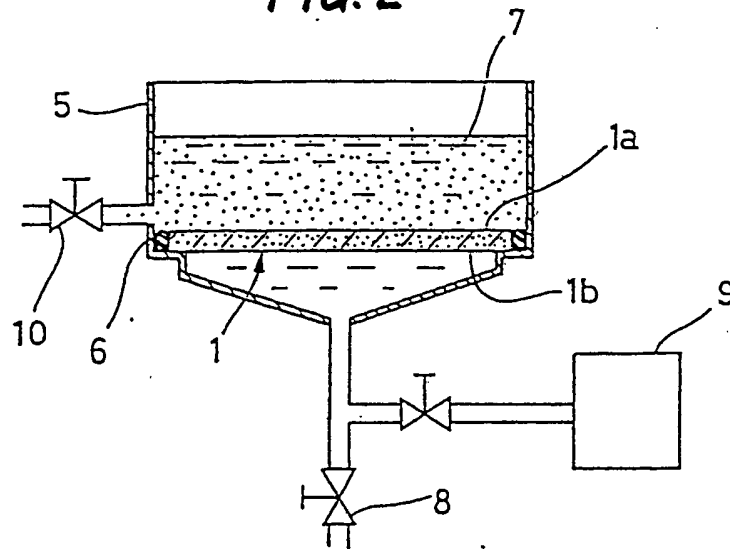


FIG. 3

